

TiNi 形状記憶合金薄膜のパターニングと固相接合

北海道大学工学研究科

○三ツ谷 隆 中辻多恵 柴田隆行 牧野英司 池田正幸

要旨

TiNi 薄膜をアクチュエータとしたマイクロデバイス作製のために TiNi 薄膜のパターニングと Si 基板との固相接合について検討した。低酸濃度の HF/HNO₃/H₂O 中の化学エッチングによってエッチファクタが 0.5 程度のパターニングができた。電解エッチングでは一様なエッチングを行うことが難しかった。固相接合では相手側の Si 基板に薄く TiNi を蒸着し TiNi 同士の接合とすることにより高真空中、400℃程度の低温で接合が可能であった。

1. はじめに

近年、微量の流体の化学分析などに用いるマイクロポンプなどの必要性が高まっている。本研究では TiNi 薄膜をアクチュエータとしたマイクロポンプ等のデバイス作製を目的としてフラッシュ真空蒸着法¹⁾によって形成した膜厚 5μm 程度の TiNi 薄膜(50at%Ni)のエッチング特性、パターニングの精度について評価した。エッチングは H₂SO₄/CH₃OH を用いた電解エッチングと HF/HNO₃ を用いた化学エッチングの 2 種類について行った。また、TiNi 薄膜と Si 基板との接合実験を行い、固相接合の可能性について検討した。

2. パターニング実験

2.1 電解エッチング

電解エッチングは 5% H₂SO₄/CH₃OH 中 (液温 18℃) において印加電圧 4V、エッチング時間 4min で行った。図 1 に電解エッチングを行った TiNi 膜表面の SEM 写真および断面形状を示す。電解エッチングでは TiNi 膜の熱処理時にできたと思われる表面の被膜のために、エッチングが一様に進行していないことがわかる。このため、TiNi 膜のパターニングは難しかった。

2.2 化学エッチング

化学エッチングでは HF:HNO₃:H₂O (液温 18℃) の組成比を 1:1:0、1:1:2、1:1:4 (以降、水容量比 0、0.5、0.67 と表現) と変化させエッチング面の表面性状、エッチレート、パターニング時のサイドエッチの評価を行った。3 種類の水容量比でエッチングを行った結果を図 2 に示す。水容量比 0 の場合では表面あらさが大きい、水容量比が高くなるにつれ平滑なエッチング面となり水容量比 0.67 では表面あらさは 100nmRy であった。また、いずれの場合も電解エッチングとは異なり一様にエッチングが進行している。このことは表面の被膜が HF/HNO₃ では容易にエッチングされることを示している。図 3 は各水容量比におけるエッチング深さの時間変化である。これらから求めたエッチレートは水容量比 0、0.5、0.67 においてそれぞれ 180nm/s、50nm/s、30nm/s であった。図 4 は各水容量比においてエッチング深さを 2~2.5μm 程度としてライン形状のパターニングを行ったときの幅 100μm のラインを観察した結果である。水容量比 0.5、0.67 ではシャープなエッジをもつパターンが得られた。これに対し水容量比 0 ではエッジがだれており、この液組成ではレジストの基板への密着力やエッチャントへの耐性が低いことがわかった。図 5 は図 4 と同じパターニング結果から算出したエッチファクタ EF (エッチング深さ/サ

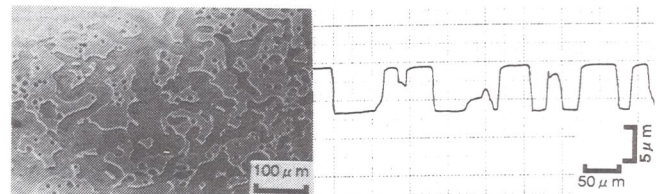
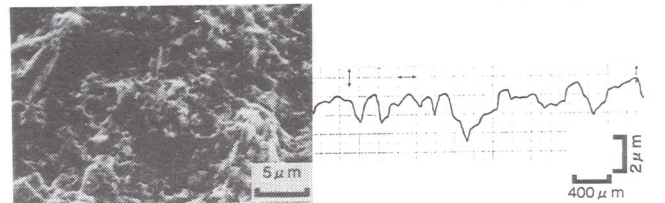
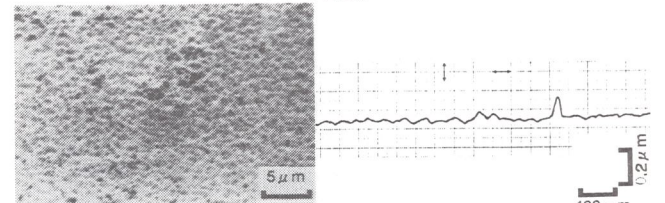


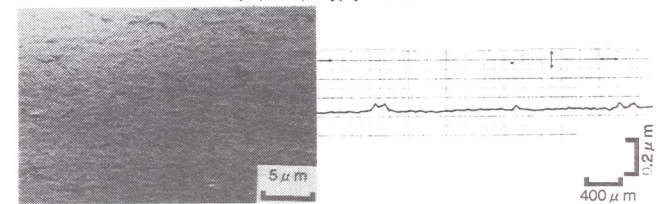
図 1 電解エッチング面の SEM 写真およびあらさ曲線 (4V, 4min)



(a) 水容量比 0
エッチング時間 10s



(b) 水容量比 0.5
エッチング時間 10s



(c) 水容量比 0.67
エッチング時間 60s

図 2 化学エッチング面の SEM 写真およびあらさ曲線

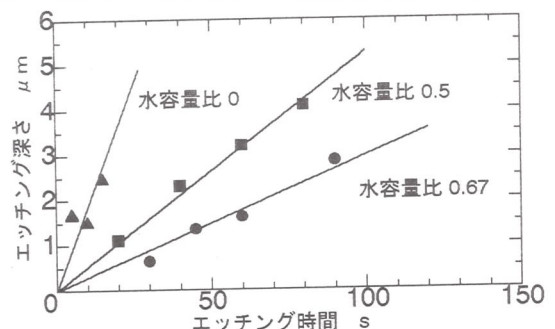


図 3 各水容量比でのエッチング時間とエッチング深さの関係

イドエッチ量)の水容量比による変化である。水容量比0では $EF=0.1$ とかなりサイドエッチが大きいのにに対して、水容量比が高くなるとともに $EF=0.5$ 程度とエッチファクタが改善され良好なパターンニングが可能である。図6は水容量比0.67において深さ $2\mu\text{m}$ 程度のエッチングを行いライン形状にパターンニングした試料の外観である。

3. 接合実験

図7に接合実験装置を、図8に接合試料の概略図を示す。接合実験では Si 基板上に形成した $5\mu\text{m}$ 程度の TiNi 膜をフォトリソグラフィーにより接合させる凸部を $\phi 500\mu\text{m}$ の円形の3カ所に限定した試料を用いた。エッチャントにはパターン精度よりもエッチレートを重視し、より大きな段差を得るために水容量比0(液温 18°C)を用いた。対向する Si 基板には接合性をあげるためその表面に膜厚 300nm の TiNi を蒸着したものをを用いた。このため、この接合は実際には TiNi 薄膜同士の拡散接合と考えることができる。これらの試料を真空チャンパ内に荷重をかけた状態でセットし 10^{-6}Torr 台の高真空中において 400°C の接合温度で 30min 保持した。接合圧力は $5\text{kg}/\text{mm}^2$ とした。接合した試料をばく離した後の接合部の SEM 写真を図9に示す。この試料では円形の接合部にエッチングが及んでいたために凹凸のある面となっていたが、一部に相手側の TiNi が接合しているのがわかる。この実験により高真空中において、接合圧力 $5\text{kg}/\text{mm}^2$ 程度の低荷重と 400°C 程度の低温で TiNi 薄膜と Si 基板との接合が可能であることがわかった。

4. まとめ

TiNi 薄膜のパターンニングと接合実験の結果から形状記憶合金薄膜をアクチュエータとしたマイクロポンプの作製への見通しを得ることができた。

参考文献

1)上野山他：1995年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集 P801

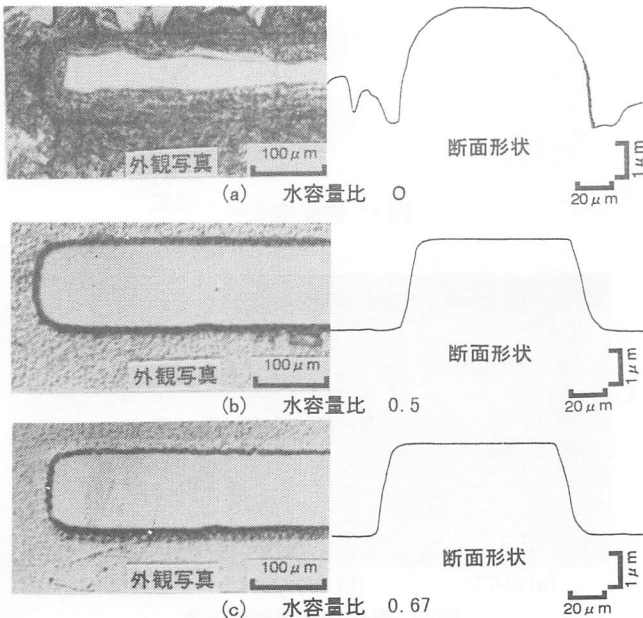


図4 各水容量比でのラインパターンエッチングの外観写真および断面形状

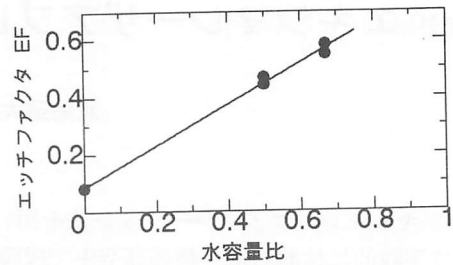


図5 水容量比とエッチファクタの関係

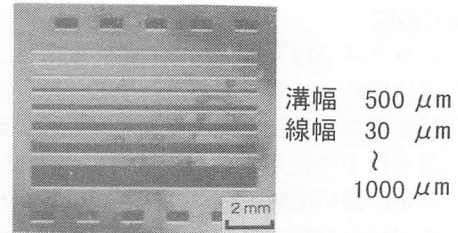


図6 パターンニングした TiNi 膜の外観写真

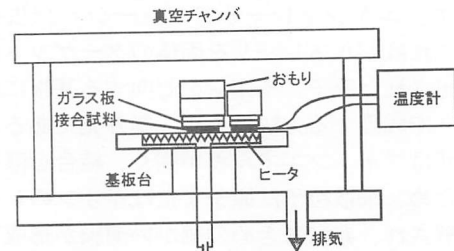


図7 接合実験装置の概略図

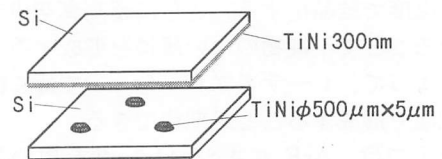


図8 接合試料の概略図

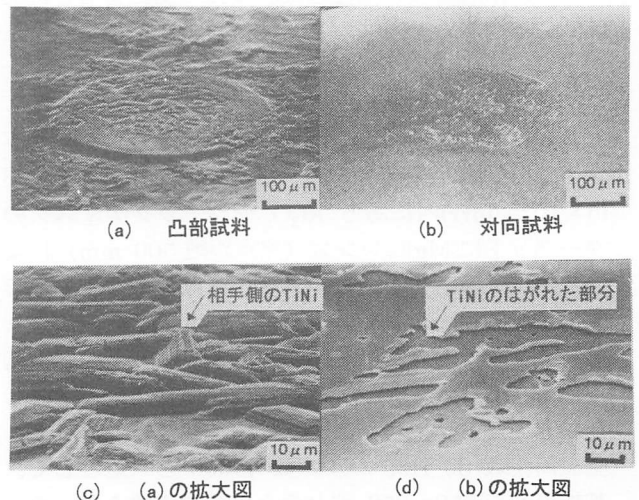


図9 接合試料のはく離後の SEM 写真